COMPOSITION FOR NEAR INFRARED RAY ABSORBENT, NEAR INFRARED ABSORBING MATERIAL AND MOLDING CONTAINING THE SAME

Patent number: JP5179228 Publication date: 1993-07-20

Inventor: MIYAKE YUJI; TAKAHASHI SAKAE

Applicant: DAICEL CHEM

Classification:

- international: C09K3/00; C08J5/00; C08K5/05; C08K5/09; C08K5/36;

C08K5/41; G02B5/22; G11B7/24; C08K5/53

- european:

Application number: JP19920000327 19920106
Priority number(s): .IP19920000327 19920106

Report a data error here

Abstract of JP5179228

PURPOSE:To obtain the subject composition having excellent near infrared absorptivity without instability of fading, etc., by blending specific amounts of a component composed of a copper compound and a thiourea derivative with a component composed of tungsten hexachloride and a trialkyl phosphate, etc. CONSTITUTION: The objective composition is composed of (A) 20-80wt,% component composed of (i) 1 pt.wt. one or more copper compounds selected from copper compounds expressed by the formula (R-X)nCu (R is monovalent group such as H or alkyl: X is COO, SO4, etc.; (n) is 1-4], copper chlorophyll, sodium copper chlorophyllin and bisacetylacetonatocopper and (ii) 0.05-50 pts.wt. derivative expressed by the formula (R1 to R3 are monovalent group such as H, alkyl or 5-to 6-membered heterocyclic ring residue, with the proviso that each group may have one or more substituent groups: R1 and R2 or R2 and R3 may be linked to form a ning) and (B) 80-20wt.% component composed of (iii) 1 pt.wt. tungsten hexachloride and (iv) 0.05-10 pts.wt. trialkyl or triaryl phosphate. The total amount of the components (A) and (B) is made up to 100wt.%.

16

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-179228

(43)公開日 平成5年(1993)7月20日

(51)Int.Cl. ⁵		識別記号	庁内整理番号	FΙ	技術表示箇所
C 0 9 K	3/00	105	9049-4H		
C08J	5/00		9267-4F		
C08K	5/05	KAN	7167-4 J		
	5/09	KAR	7167-4 J		
	5/36	KBR	7167-4 J		
				審査請求 未請求	請求項の数7(全 13 頁) 最終頁に続く
(21)出願番号	+	特顯平4-327		(71)出顧人	000002901
					ダイセル化学工業株式会社
(22)出願日		平成 4年(1992) 1	月6日		大阪府堺市鉄砲町1番地
				(72)発明者	三宅 祐治
					兵庫県姫路市網干区新在家940
				(72)発明者	高橋 栄
					大阪府大阪市旭区太子橋3-2-3-806
				(74)代理人	弁理士 古谷 馨 (外3名)

(54)【発明の名称】 近赤外線吸収利用組成物並びに近赤外線吸収材料及びそれらを含有した成形体

(57) 【要約】 (棒正有) 【構成】 (4) 一般式 I の解に合物、例えば p ークロル 安急書飯類 1 重量部に対して一般式 II のチオ尿素誘導 体、例えば 1、3 ージフェニルナオ尿素(6 0~50 室量量 から成る成分20~80 重量6 (8) 六塩化タングステン 1 重量部に対してトリアルキル又はトリアリールフォスフ エート、例えばトリブチルフォスフェート0.05~10 重量 部から成る成分30~20重量から成る近赤外線吸収剤用 組成物、又テオ尿素誘導体が特定のテオアミド誘導体か ら成る前記の近赤外線吸収剤用規体板、叉に該組成を加 色成と近流升線吸収和用規体板、又に該組成物を加熱 処理して得られる反応物から成る近赤外線吸収材料。

$$(R-X)_{n}Cu \qquad (I)$$

【効果】 本近赤外線吸収剤用樹脂組成物を加熱処理して得た吸収材料及びその成形体は褪色などの不安定性は

近赤外線吸収能を示すので、光学的フィルター、熱線吸収性グレージング材等として工業的に有用である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 一般式 (I)

 $(R-X)_nCu$ (I)

【式中、R は水素、アルキル基、シクロアルキル基、ア リール基、アラルキル基及び株素環残基(各基は1個以 上の置換基を有していても良い)から成る群から選ばれ る一価基、X は一の00、一503、一703、一703、一 n t 1 ~ 4 の整数】で表わされる銀化合物、或はクロロフィル 銀、銅クロロフィリンナトリウム及びピスアセチルアセ トナート銅より成る群から選ばれる少なくとも一種の銅 化合物 1 重量能に対して下記一般式 (II)



(R), R)、R)は、水素、アルキル基、シクロアルキル 基、アリール基、アラルキル基及び5員又は6員の複素 環現基から原の表幹から選ばれる一価基を表かし、各基は 1個以上の置換基を有していても良く、R₁とR₂又はR₂と R₃は連絡して選を形成しても良い)で示されるテオ尿素 誘導体から選ばれる少なくとも一種0.05~50重量部から 成る成分20~80重量%

(B) 六塩化タングステン1重量部に対してトリアルキル 又はトリアリールフォスフェート0.05~10重量部から成 る成分80~20重量%から成り、(A) +(B) = 100重量% である近赤外線吸収割用組成物。

【請求項2】 チオ尿素誘導体が下記一般式(111)

R₅ - - C=S (RA, Side A) (RA, Side A, X素、アルキル基、アルケール基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基及び5員又は6員の複素選集基から成る群から選ばれる一個基を表わし、RBは更にアルコキシ基をも表わし、各基は1個以上の置換差を有していても良く、RdとRGは選棒して環を形成しても良い)で示されるテオアミド誘導体から選ばれる少なくとも1種のチオアミド誘導体であることを特徴とする近季が終級収利用規定物。

【請求項3】 請求項1又は2記載の近赤外線吸収利用 組成物を含有させたことを特徴とする近赤外線吸収材 料。

【請求項4】 請求項1又は2記載の近赤外線吸収剤用 組成物を加熱処理して得られる反応物から成る近赤外線 吸収材料。

【請求項5】 請求項1又は2記載の近赤外線吸収剤用 組成物を加熱しながら含有させたことを特徴とする近赤 【請求項6】 請求項4記載の近赤外線吸収材料を含有させたことを特徴とする近赤外線吸収用成形体。

【請求項7】 請求項3記載の近赤外線吸収材料を加熱 して成る近赤外線吸収成形体。

【発明の詳細な説明】 【0001】

[産業上の利用分野] 本祭明は銅化合物とテオ厚業系祭 連体又はナオアミド系誘導体及び六塩化タングステンと トリアルキル又はトリアリールフォスフェートとから成 る近赤外線吸収剤用組成物並びに近赤が線吸収材料及び 吸収材料は、最近特に研究開発が盛んに行われている機 能材料であり、近赤外線域及改長を有する半導体レーザ 一光等を光震する感光材料、光ディスク用配材料等 の情報配録材料、赤外線カットフィルターやフィルム等 の光字光料料、熱線吸収性グレージング材料として利用す ることができない。

[0002]

【従来の技術】これまでに開発された近赤外観吸収材料としては、特公昭60-42269 号公報にはゲロム、コパル 中舗は、特公昭60-42264 号公報にははゲロム、コパル ・結集、特別昭61-21264 号公報にはオフントラキノン誘導 体、及び特別昭61-21851号公報にはアントラキノン誘導 体、及び特別昭61-218551号公報にはアントラキノン誘導 たまれている。又米国特許第3092888 号に赤されるよう に大連化タングステン (WCIg) と塩化スズ(SnCI2・2H 20) をメタタリル酸メチルシラップ (モノマー) に溶解 し、重合して得られる実質的にヘイズのない近赤外線吸 収能に優れた材料が知られている。

[0003]

【発明が解決しようとする課題】従来の近赤外線吸収材 料は、有機系のものは耐久性が悪く環境条件の変化や時 間の経過に伴って初期の能力が劣化してくるという問題 点があり、一方錯体系のものは耐久性があるが、近赤外 部のみならず可視部にも吸収があり、化合物そのものが 強く着色しているものが多く用途が制限されてしまうと いった問題があった。更にどちらの系のものも特定の波 長において吸収ビークがみられ、そのピークからはずれ た波長では殆ど吸収能はないものであった。これらの素 材を利用して、例えば近赤外部の波長を有するレーザー 光を光源とする記録体を考えると、レーザー線の波長と 材料の吸収ピークでの波長を合わせる必要がある。しか し、レーザー線の波長も近赤外線吸収材料の吸収波長も 限られたものしか得られないから、レーザー線の波長と 近赤外線吸収材料の吸収ピークでの波長が合致する組み 合わせは極く限られたものにならざるを得なかった。

【0004】また、上記従来技術のWCIGと SnCI2・2H2U をメタクリル酸メチルシラップに溶解した組成物は濃青 色に発色し、近赤外線を良く吸収する性質を持っている してた。このように緩やかに進行するフォトクロミズム などは一定の品質を備えた光学フィルターや熱線吸収性 グレージングなどの工業製品を提供する上で好ましくな い問題点であった。

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明は、800~2000m の近赤外領域全体に一様に吸収がみられ、着色が少なく 旦の耐欠性が優れた近赤外線吸収材料について観意検討 を重ねた結果、銅化合物とテオ尿素系影導体又はテオア ド系誘導体及び六塩化タングステンとトリアルキル又 はトリアリールフォスフェートから成る根皮物を作製す ることによって、目的とする優れた近赤外線吸収材料が 得られることを見出し、本発明を完成するに至ったもの である。

[式中、R は水素、アルキル基、シクロアルキル基、ア リール基、アラルキル基及び検素環残基(各基は1個以 上の置換基を有していても良い)から成る群から選ばれ る一価差、X は一COO、−SO4、−SO3、−PO4、−O、n は 1 ~4の整数〕で表わされる銅化合物、或はクロロフィル 銅、銅クロロフィリンナトリウム及びピスアセチルアセ トナート銅より成る群から選ばれる少なくとも一種の銅 化合物 1重量能に対して下記一般式(II)

[0007]

C=S (11)

【0008】 (RI, R2, R3は、水業、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基及び5貝又は6貝の複素環発基から成る精から選ばれる一価基を表わし、各基は1個以上の置換基を有していても良く、RiとR2又は次とRiは連結して環を形成しても良い)で示される大学保護に関係がある。 重量部から成る成分又は下距一般式(III)

[0009]



 50重量部から成る成分20~80重量%と、

(B) 六塩化タングステン1重量部に対してトリアルキル 又はトリアリールフォスフェート0.05~10重量部から成 る成分80~20重量%とから成り、(A) + (B) = 100重量 %である近赤外線吸収利用組成物並びに近赤外線吸収材 料及びそれらを含有した原形体に関する。

【0011】本発明で使用する上記の一般式(1)で示 される銅化合物として、下記のものを例示できるが、こ れらに限定されるものではない。ステアリン酸銅、パナ ミチン酸銅、オレイン酸銅、ベヘン酸銅、ラウリル酸 銅、カプリン酸銅、カブロン酸銅、吉草酸銅、イソ酪酸 銅、酪酸銅、プロピオン酸銅、酢酸銅、ギ酸銅、水酸化 銅、安息香酸銅、オルトトルイル酸銅、メタトルイル酸 鋼、パラトルイル酸鋼、パラターシャリブチル安息香酸 鋼、オルトクロル安息香酸鋼、ジクロル安息香酸鋼、ト リクロル安息香酸銅、pープロム安息香酸銅、pーヨー ド安息香酸銅、oーベンゾイル安息香酸銅、pーニトロ 安息香酸鋼、アントラニル酸鋼、p-アミノ安息香酸 銅、シュウ酸銅、マロン酸銅、コハク酸銅、グルタル酸 銅、アジピン酸銅、ピメリン酸銅、スペリン酸銅、アゼ ライン酸鋼、セパシン酸鋼、フタル酸鋼、モノエステル フタル酸鋼、ナフテン酸鋼、ナフタリンカルボン酸鋼、 酒石酸銅、ジフェニルアミン-2-カルボン酸銅、4-シクロヘキシル酪酸鋼、ジェチルジチオカルバミン酸 銅、グルコン酸鋼、ジェトキシ銅、ジー:-プロポキシ 鋼、オクチル酸鋼、アルキルベンゼンスルホン酸鋼、p ートルエンスルホン酸銅、ナフタリンスルホン酸銅、ナ フチルアミンスルホン酸銅、n-ドデシルベンゼンスル ホン酸銅、ドデシル硫酸銅、2.5 - ジメチルベンゼンス ルホン酸鋼、2-カルボメトキシ-5-メチルベンゼン スルホン酸銅、αーナフチルリン酸銅、ジー2-エチル ヘキシルリン酸鋼、イソデシルリン酸鋼。

【0012】本発明で使用する一般式(川)で示される チオ尿素誘導体として以下のものを例示できるが、これ らに限定されるものではない。1-エチル-3-フェニ ルチオウレア、1,3 ージフェニルチオウレア、1,3 ージ エチルチオウレア、1-エチル-3-p-クロロフェニ ルチオウレア、1ーエチルー3ー(2ーヒドロキシエチ ル) チオウレア、1-(2-チアゾリル) -3-フェニ ルチオウレア、1.3 ージステアリルチオウレア、1.3 ー ジベヘニルチオウレア、1-エチルチオウレア、1-p ープロモフェニルー3ーフェニルチオウレア、1ー(2 ーチオフェニル) -3-フェニルチオウレア、1,3 ービ ス(2ーヒドロキシエチル)チオウレア、1ーヮーアミ ノフェニルー3-フェニルチオウレア、1-p-ニトロ フェニルー3-フェニルチオウレア、1-p-ヒドロキ シフェニルー3ーフェニルチオウレア、1.3 ージー m-クロルフェニルチオウレア、エチレンチオウレア、チオ ウレア、1-メチル-3- p-ヒドロキシフェニルチオ ニルチオウレア、1-p-ニトロフェニルチオウレア、1、3 ージメチルチ オウレア、1.3 ージシクロヘキシルチオウレア、1、1 ージ エニルー3 ーワークロロフェニルチオウレア、1ーフェ ニルー3 ー ワーメトキシフェニルチオウレア、1、1 ージ フェニルチオウレア、1、1 ージペンジルー3 ーフェネチ ルチオウレア、1 ーフェニルー3 ー (2ーヒドロキシェ チル) チオウレア。

【0013】本発明で使用する一般式 (III)で示される チオアミド誘導体として以下のものを例示できるが、こ れらに限定されるものではない。Nーメチルチオベンツ アミド、Nーフェニルチオベンツアミド、Nーエチルチ オエチルアミド、 Nーエチルチオー pークロルベンツア ミド、 Nープロピルチオペンツアミド、 Nーエチルチオ ステアリルアミド、 N-1-(2-チアゾリル)チオベ ンツアミド、 N-ステアリルチオステアリルアミド、 N ーベヘニルチオベヘニルアミド、チオアセトアミド、 N ーフェニルーチオー pーブロモベンツアミド、 N-1-(2-チオフェニル) チオベンツアミド、 N-ベヘニル チオアセトアミド、 N- p-アミノフェニルチオベンツ アミド、N-p-ニトロフェニルチオベンツアミド、N - p-ヒドロキシフェニルチオベンツアミド、N- m-クロルフェニルチオベンツアミド、チオニコチン酸アミ ド、チオアセトアニリド、 O-エチルー N-フェニル (チオカルパマート)、チオベンツアミド、チオー m-ニトロベンツアミド、チオー pーニトロベンツアミド、 チオー pーアミノベンツアミド、 Nーメチルチオアセト アミド、Nーシクロヘキシルベンツアミド、Nークロロ フェニルチオベンツアミド、 N- p-メトキシフェニル チオベンツアミド、 N-ステアリルチオベンツアミド。 【0014】又、本発明で使用するトリアルキル又はト リアリールフォスフェートとしては、下記のものを例示 できるが、これらに限定されるものではない。トリメチ ルフォスフェート、トリエチルフォスフェート、トリブ チルフォスフェート、トリー 2-エチルヘキシルフォス フェート、トリブトキシエチルフォスフェート、トリオ レイルフォスフェート、トリフェニルフォスフェート、 トリクレジルフォスフェート、トリキシレニルフォスフ ェート、クレジルジフェニルフォスフェート、キシレニ ルジフェニルフォスフェート、 2-エチルヘキシルジフ ェニルフォスフェート。

【0015】本発明において用いられる領化を物とナオ 尿素誘導体又はチオアミド誘導体及び六塩化タングステ ンとトリアルキル又はトリアリールフォスフェートは、 近赤外線吸収性の股定によって含有させる添加量、種類 と比率、加熱温度、加熱時間を変化させることができ る。網化合物1重量部に対してチオ尿素誘導体の添加量 は、0.05~50重量部である。また、銅化合物1重量部に 対してチオアミド誘導体の添加量は、0.05~50重量部、 ステンの1重量部に対してトリアルキル又はトリアリー ルフォスフェートの添加量は、0,05~10重量版、好まし くは0.05~8重量都である。又、(A) 成分は、20~80重 量%、好ましくは40~00重量%である。又、同じ含有量 でも透過率は、本発明で得られる樹脂料料が例えば板で ある時、その板厚によって変化するので、最終的には設 定した板厚における透過率が得られる様に含有量を決定 する必要がある。

【0016】本発明において銅化合物1重量部に対して チオ尿素誘導体又はチオアミド誘導体の添加量が、それ ぞれ0.05重量部未満の場合、及び六塩化タングステンの 1 重量部に対してトリアルキル又はトリアリールフォス フェートの添加量が0.05重量部未満の場合には、近赤外 線吸収能の向上が十分でない。一方鋼化合物 1 重量部に 対してチオ尿素誘導体又はチオアミド誘導体の添加量が 5重量部を超える場合及び六塩化タングステンの1重量 部に対してトリアルキル又はトリアリールフォスフェー トの添加量が50重量部を超える場合には、近赤外線吸収 能の向上が見られず、材料中にヘイズが発生する恐れが ある。又、(A) 成分が20重量%未満、(B) 成分が20重量 %未満には、800~2000nmの近赤外領域全体に一様に吸 収がみられない。銅化合物とチオ尿素誘導体又はチオア ミド誘導体及び六塩化タングステンとトリアルキル又は トリアリールフォスフェートは、配合比に従ってこのま ま混合しても良く、バインダー、熱可塑性樹脂粉末等と 共に混合し、更に必要に応じて一般に使用されている添 加剤、例えば難燃剤、熱安定剤、抗酸化剤、光安定剤、 紫外線吸収剤、滑剤、着色剤を加えて配合した組成物と することもできる。

[0017] 又、適当な溶粧素しくは分散集中に混合溶解者しくは分散するか、パインダーや着色剤等を溶解した緑体中に混合分散して根配物としても良い。混合の程度及び成形体への添加量或は他の物質との配合量は、加熱処理を行った時、網化合物とチオ尿素誘導体又はチオアミド誘導体及が近位かタングステンとトリアルキル又はトリアリールフォスフェート同志が固体のまま或はどちらか一方又は両方が溶解して互いに十分接触し得る状態になる物質になる物質になる可能では含いである。

【0018】本発明における解化合物とチ状尿素誘導体 又はチオアミド誘導体及び大塩化タングステンとトリア ルキル又はドリアリールフォスフェートとを含有する組 成物、遠はこの組成物を加熱処理して得られる近赤外線 吸収材料を成形体に含有させる方法としては、特別な手 段、混合順序を要することなく、汎用の混合装置、 ば熟ロール、パンパリーミキサー又は押出機しより成型 するか、それぞれを分散させたスラリーを成形体に噴 成 形体は、パルプ、繊維、熱可型性樹脂、セラミックス等 を抄く、線念、加熱成型する等公知の材料と方法でフィ をがく、線。

エして作製する。

【0019】加熱処理方法は、銅化合物とチオ尿素誘導 体又はチオアミド誘導体及び六塩化タングステンとトリ アルキル又はトリアリールフォスフェートが反応して近 赤外線吸収能が得られる熱エネルギーが付加できるもの であれば特に制限はなく、例えば電気ヒーター、赤外線 ランプ、フィルム等溶融成形を挙げることができる。加 熱温度は、一般に40~400 ℃、好ましくは50~350 ℃の 範囲内である。加熱時間は、一般に数ミリ秒~数十分の 範囲内である。又、攪拌、回転、振動を加えて、物質相 互の接触頻度を挙げ、熱エネルギーの伝達を均一にして 反応を連めると共に混合状態を均一化することは好まし い方法である。

[0020]

【作用】上記の如く、一般式(I)の銅化合物或はクロ ロフィル銅、銅クロロフィリンナトリウム、ビスアセチ ルアセトナート鋼と、一般式(II)のチオ尿素誘導体又 は一般式 (111)のチオアミド誘導体及び六塩化タングス テンとトリアルキル又はトリアリールフォスフェートと を含有した混合物を、上記混合方法により加熱混練する ことによって 800~2000nmの全域に渡りほぼ一様に近赤 外線を吸収するようになる。その理由は明らかでない が、以下に示す実施例及び比較例から明らかな様に、チ オ尿素誘導体、チオアミド誘導体、銅化合物、六塩化タ ングステン或はトリアルキル又はトリアリールフォスフ ェートを、それぞれ単独で上記混合方法により加熱混練 しても 800~2000nmの近赤外領域全域に渡りほぼ一様に 日つ強度に近赤外線を吸収することはなく、単にチオ尿 素誘導体、チオアミド誘導体、銅化合物、六塩化タング

ステンとトリアルキル又はトリアリールフォスフェート を混合しただけでも同様であることからすれば、チオ尿 素誘導体又はチオアミド誘導体と銅化合物及び六塩化タ ングステンとトリアルキル又はトリアリールフォスフェ 一トを含有した混合物を、上記混合方法により加熱混練 することにより、チオ尿素誘導体又はチオアミド誘導 体、銅化合物、六塩化タングステンとトリアルキル又は トリアリールフォスフェートとの間で何らかの反応が起 き、コンプレックス(錯体)が生じていることによると 推定される。

[0021]

【実施例】以下に実施例を掲げて、本発明の詳細を述べ るが、本発明はこれらの実施例に制限されるものではな い。尚、実施例中の添加割合は全て重量部を示す。ま た、得られた樹脂材料の透過スペクトルは、分光光度計 ((株)日立製作所製:323型)で測定した。近赤外線 吸収能の判定は、900 、1000、1100、及び1500nmの各波 長での吸収値の平均が80%以上のものを◎、60%以上を 〇、30%以上を△、30%以下を×とし、行った。

【〇〇22】近赤外線吸収能の熱、湿度、光に対する安 定性を下記の方法で測定した。

耐熱性・耐湿性:近赤外線吸収性シートを80°C、 100% RHのオーブン中に 480時間放置した後、近赤外線吸収性 を再度分光光度計(波長:1000nm)で測定した。そのシ 一トの保存性は、下記式により算出した結果で評価し た。

[0023] 【数1】

100-加熱・加湿後の透過率 ×100(%)

保存率= -100-加熱・加湿前の透過率

【OO24】耐光性:近赤外線吸収性シートをUV(紫 外線)テスター(大日本プラスチック(株)製、超促進 耐光試験機)で 200時間光照射した後、近赤外線吸収性

を再度分光光度計(波長:1000nm)で測定した。その保 存性は、下記式により算出した結果で評価した。 [0025]

【数2】

100-霧光後の透過率 保存率= -×100(%) 100-露光前の透過率

【0026】熱安定性は、射出成形機を用いて 230℃の 設定温度で滞留時間20分後成形を実施し、得られたサン プルの色調変化を日本電色(株)製色差計にて測定し、 L. a. b. 法により色差 (△E)を求め、以下のように判定し た。

◎:優良

〇:良好

×:ヤケ有 実施例1~24

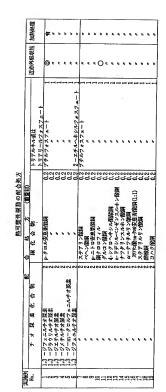
表 1、表 2 に示す組み合わせのチオ尿素化合物 2 重量部 と銅化合物0.2 重量部及び六塩化タングステン 0.1重量 部とトリアルキル又はトリアリールフォスフェート 0.5 重量部のそれぞれとスチレン樹脂100 重量部を、タンブ ラーミキサーで20分間混合し、40mm φ 押出成型機によっ て 220℃で混錬後、ペレットにした。次いでこのペレッ トを乾燥し、射出成型機を用いて厚さ3mmのヘイズのな い緑色の透明樹脂シートを作製した。得られたこれらの シートについて 800~2000nmにおける透過スペクトルを 測定した。表4に結果を示すが、近赤外域の吸収能に優 れていた。実施例1で得られた得られた近赤外線吸収性 シートの遮熱効果を図1に示した装置を用いて測定し た。1は60Wの白熱電球、2は測定試料、3は精密温度 計である。その結果は図2の通りであった。近赤外線吸 収性シートの遮熱効果を図中のAで示すが、同図に示す

熱効果を示した日との比較から、近赤外域の遮熱能に優れていることが分かる。また、実施例 1で得られた透明 飼能シートの透過スペクトルを図3中のAで示すが、同 図に示す近赤外線吸収料を含まない通常のポリスチレン 樹脂シートの透過スペクトル日との比較から分かるよう に、この樹脂板は可様切先は比較的よく透過するが、 適常のポリステレン機能シートに見られない近赤外域の 吸収能に優れていた。

【0027】実施例25~29

表2に示す組合わせのチオアミド化合物2重量部と銅化 合物 0.2重量部及び六塩化タングステン 0.1重量部とト リアルキル又はトリアリールフォスフェート 0.5重量部 のそれぞれとポリスチレン樹脂 100重量部を、タンブラ ーミキサーで20分間混合し、40mmの押出放変機によって 220℃で混解後、ベレットにした。次いでこのベレット を乾燥し、射出放型機を用いて厚さ3mmのイイズのない 緑色の透明樹脂シートを作製した。得られたこれらのシ ートについて 800~2000mmにおける透過スペクトルを測 定した。表々、表5に結果を示すが、近赤外域の吸収能 に優れていた。

【0028】 【表1】



【0029】実施例30~35

表2に示す組合わせのチオ尿素化合物2重量部と銅化合物0.2重量部及び六塩化タングステン0.1重量部とトリ

アルキル又はトリアリールフォスフェート 1 重量部を下記の処方で、

成	分	割合、重量部
(A) 液		
チオ尿素化合物		2
銅化合物		0. 2
10%ポリビニルアルコール水溶液		10

六塩化タングステン

トリアルキル又はトリアリールフォスフェート

0.1

0.5

エチルアルコール

(A) 湊50重量部と(B) 湊50重量部を混合し、ポリスチレン樹脂シートにワイヤーバーを用いて業布量が5g/ 畑になるように塗布乾燥させた。得られたポリスチレン 樹脂シートは、いずれも返青色であり、塗工面を表面温 度 160℃にメタルブロックに5秒間接触させたところ、 淡緑色に発色した。得られたこれらの版について 800~ 2000mmにおける透過スペクトルを測定した。表5に結果 を示すが、近赤外域の吸収能に得ていた。

【0030】実施例36~41

表2に示す組合わせと重量部でチオ尿素化合物、銅化合物、大塩化タングステンとトリアルキル又はトリアリー

ルフォスフェートをスチレン系樹脂 100 産量部に添加 し、タンプラーミキサーで20分間混合し、40mm 4押出版 影機によって 220℃で混雑後、ベレットにした。次いで このベレットを乾燥し、射社成形機を用いて厚さ3mmの ヘイズのない緑色の透明樹脂板を作製した。得られたこ れらの板について 800~2000mmにおける透過スペクトル を測定した。表5に結果を示すが、近赤外域の吸収能に 優れていた。

[0031]

【表2】

調	40		処 方 (重量的)		F		_
હ	チオ尿素化合物/チオアミド化合物		絕化合物	M704和政は497年47年X7ェート	Ī	DEPT PROFE	
_	1.3 ージフェニルチオ尿素	2	グルタル配飾 0.2	0.2 ブチルフォスフェート	-	0	100
_	•	2	pープロム安慰福福岡 0.2	*	-		: •
83	•	2			-	*	
_		2	○- ベンノイラ佐衛和製酒 0.2		-		,
	1,3-57-1547 1,3-59 17-144 111)	2	mークロル安慰者認同 0.2	,		6	
_	N-フェニルチオペンツアミド	27	pークロル安息者を第3 0.2	"	-	,	,
	Nーシクロくキシラチオ ヘンシアドド	67	, 0.2	*		4	
	N-ステアリバチオ スンシアミド	2	, 0.2	*	-		
	チオアセトアニリド	2	, 0.2		-		
_	ナギーコチン数アミド	2	, 0.2	*	-		
	1.3ージフェニルチオ原業	67	, 0.2	"	F	,	#
_	*	67	, 0.2	*			
엃	*	87	. 0.2	2-エチルヘキシルフ・スフ・ート			
_	•	87	, 0.2			*	
	1,3 ージッセンスルギ灰戦	2	0.5	プチルフナスフェート	-	, è	
ક્ષ	1,3 ージエチにルイ灰紙	8	, 0.2				*
	И	2	, 0.4	"	-	©	100
	*	2	,	*		C	: :
88	1.3ージー=-クロバフェーバチド映射	87	, 0.4	*		0 @	*
_	,,	8	, 0.1	*	-	C	*
8	1,3ージラウリルチオ阪繋	2	, 0.4		-	0	*
	*	•				,	

【0032】 比較例1~10

表3に示すす犬屎素化合物、チオアミド化合物、銅化合物、六塩化タングステン、トリアルキル又はトリアリールフォスフェートを各々単単でポリスチレン場面 100重量部に添加し、タンブラーミキサーで20分間混合し、40 mmの 浮出成型機によって 220℃で混締後、ベレットにした。次いでこのベレットを登場し、針出成型機を用いて

得られたこれらの板について透過スペクトルを測定した。表5に結果を示すが、全て30%以下の近赤外線吸収能しかなかった。

【0033】比较例11~12

表3に示す銅化合物 0.2重量部とトリアルキル又はトリ アリールフォスフェート 0.5重量部をポリスチレン樹脂 100重量部に添加し、タンブラーミキサーで20分間混合 トにした。次いでこのペレットを乾燥し、射出成型機を 用いて厚き3mmのヘイズのない緑色の透明樹脂板を作製 した。得られたこれらの板について 800~2000mmにおけ る透過スペクトルを測定した。表5に結果を示すが、全 て30%以下の近赤外線吸収能しかなかった。 【0034】 【表3】

熱可塑性樹脂の配合処方

いて 表 5	800〜2 に結果を					【表	3]				
	JUREAU .	幸	ŧ	Ł	ŧ	Ł	,	Ł	è		
1	ALM SHAWAY	×	*	į	ŧ	· ·	,	ŧ	ŧ	Ł	·
	1.	1	ı	ı	1	ı	1	_	_	-	-
	トリアルキル或は トリアリールフォスフェート	1	ı	ı	ı	ı	1	プチルフォスフェート	2 一ゴがかがれなよー	0.2 TFR7*X7x-1	*
(重量部)		1	1	ı	0.2	0.2	. 1	ı	ı	0.5	0.5
合 処 方 (B	铒化合物	1	ı	1	pークロル安息各酸調	ステアリン酸類	-	1	1	pークロル安息香酸網	一人くと製金
đi:	系	-	2	2	ı	1	1	.1	ī	1	1
温	チオ尿素化合物/チオアミド化合物	1	1,3 ージフェニルチオ尿素	1,3 ージラウリルチオルチオ取権	1	ı	ı	ı	1	ı	1
田多	Š.	-	٥,	က	4	2	9	-	∞	න	9

近赤外線吸収性樹脂の評価結果

										実		-	援		室												
	# #	-	7	က	4	ro.	9	-	œ	6	9		121	13	11	12	16	12	81	8	22	83	83	22	FG.	88	22
近赤外線吸収性	ı	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	00	0	0	0	0	0	0	0	0	0
耐熱性、耐湿性	×	97	88	88	26	88	97	32	96	86	88	86	97 5	97 9	6 38	92	96 16	3 97	28	38	6	88	83	ਲ	88	88	88
耐光性	%	16	96	38	88	37	88	98	88	97	16	97	94	91 9	96	925	35 35	5,93	3 95	88	88	88	16	8	88	83	86
宝 化	230°C × 2053				C	C	(C	-	- 0	C	C	-		-	-	- 0		0						((
K K	ΔE	>_)))	>))	5)	5	<u>-</u>	<u></u>	_	_	_	_			_			2			

【0036】 【表5】

近赤外線吸収性樹脂の評価結果

																				į						
						#4		据			<u>s</u>						Ξ.	比	豢		E					
	#	83	প্ত	8	33	æ	ಜ	8	88	88	33	88	88	40	41	1 2	2 3	4	2	9	_	∞	6	10	11	12
近赤外線吸収性	1	0	0	0	0	0	0	ō	ō	0	ō	0	0	0	ô	×	-	×	×	×	×	×	×	×	×	×
耐熱性、耐湿性	. %	82	ક્ક	97	98	97	96	25	98	97	96	97 9	6 96	94 3	- 32				-		1	1	1	1	T	1
耐光性	%	93	æ	33	88	25	क्ष	88	36	33	96	95	6 36	91	- 16	-		1	1	1	1	1	1	1	1	1
数字字件	230°C ×205 3	C	O	C	С		C	C	C	C	C	0	_			0	C		C	С	С	С	C	С	C	C
ł (ΦE))))))	>))	,	,	·	`	<u></u>	,		,	,))

[0037] 表 4、表5によれば、チオ尿素作合物又は チオアミド化合物と銅化合物及び六塩化タングステンと トリアルキル又はトリアリールフォスフェートとを塗布 或は加熱混雑された成形体は、強い近赤外線吸収能を有 することが明らかである。また、この近赤外線吸収 は、加熱や加温或は露光によって粉ど低下せず、取扱い や保存の環境条件の変化に対して安定性が高いものであ 物、銅化合物、六塩化タングステン或はトリアルキル又 はトリアリールフォスフェートとを単独に混練した成形 体は、近赤外線吸収性を実質的に示さなかった。

[0038]

【発明の効果】本発明の近赤外線吸収利用樹脂組成物を 加熱処理して得られる吸収材料及びその成体体は複色な どの不安定性はなく、暗所に長期間放置により褪色する というフォトクロミズムも見られず、優れた近赤外線吸 収能を示すので、光学的フィルター、熱線吸収性グレー ジング材帯として工業的に有用である。また、得られた 近赤外線吸収シートは 800~2000mの近赤外線域全域に 渡る陰い吸収性を有している。これらの件管を利用する ことによって近赤外線カットフィルターなどの光学材 料、記録材料、熱線運蔵材料、蓄熱材料、近赤外線検出 センサー等として利用できる。本発明の相反物は、金属 を含んでいるにもかかわらず、着色が少ないから、これ らを含有したシート、フィルム等の成形体は外観が優れ たものとなる。

【図面の簡単な説明】

【図1】近赤外線吸収性シートの遮熱効果を測定する装置の概略図である。

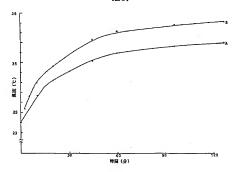
【図2】 遮熱効果の測定結果を示す図である。

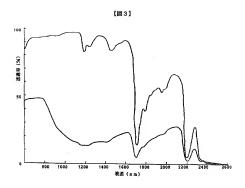
【図3】诱渦スペクトルを示す図である

【図1】



【図2】





フロントページの続き

(51) Int. Cl. 5		識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C08K	5/41	KBU	7167-4J		
	5/53	ксс	7167-4J		
G02B	5/22		7348-2K		
G11B	7/24	526 I	7215-5 D		